

Translation of Priority Certificate

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: December 22, 1999

Application Number: Patent Application
No. Hei 11-364193

Applicant(s): REIKA KOGYO KABUSHIKI KAISHA

September 22, 2000

Commissioner, Kozo OIKAWA
Patent Office

Priority Certificate No. 2000-3076321

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application 1999年12月22日

出願番号 Application Number 平成11年特許願第364193号

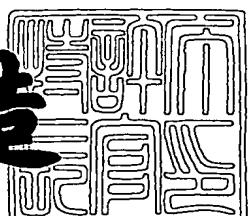
出願人 Applicant(s): 冷化工業株式会社



2000年 9月22日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3076321

【書類名】 特許願
 【整理番号】 RK1-0164
 【提出日】 平成11年12月22日
 【あて先】 特許庁長官殿
 【国際特許分類】 B01D 61/00
 B01D 29/00
 B01F 11/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都板橋区赤塚4-13-14-203

【氏名】 中尾 真一

【発明者】

【住所又は居所】 宮崎県宮崎郡清武町大字加納甲2020番地10 冷化
工業株式会社内

【氏名】 谷口 徹

【特許出願人】

【識別番号】 000251211

【氏名又は名称】 冷化工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100075258

【弁理士】

【氏名又は名称】 吉田 研二

【選任した代理人】

【識別番号】 100081503

【弁理士】

【氏名又は名称】 金山 敏彦

【選任した代理人】

【識別番号】 100096976

【弁理士】

【氏名又は名称】 石田 純

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001753

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 反応分画濾過装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一対の不透過性支持板と、

前記一対の不透過性支持板を所定間隔に配置するために前記一対の不透過性支持板端部に係合する一対のスペーサ部材と、

前記一対の不透過性支持板と一対のスペーサ部材とによって形成された空間内に設けられた攪拌体と、を有する反応攪拌装置であって、

前記攪拌体は、攪拌軸と、

前記攪拌軸を振動させる駆動源と、

前記攪拌軸に取り付けられた複数の攪拌羽根と、を有することを特徴とする反応攪拌装置。

【請求項2】 請求項1に記載の反応攪拌装置において、

前記攪拌羽根には、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間の少なくとも一方で対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部が設けられていることを特徴とする反応攪拌装置。

【請求項3】 請求項1または請求項2に記載の反応攪拌装置において、

更に、前記不透過性支持板およびスペーサ部材の少なくとも1つの外壁に、熱交換媒体が流通する流通路が設けられていることを特徴とする反応攪拌装置。

【請求項4】 一対の不透過性支持板と、

前記一対の不透過性支持板を所定間隔に配置するために前記一対の不透過性支持板端部に係合する一対のスペーサ部材と、

前記一対の不透過性支持板と一対のスペーサ部材とによって形成された空間に配置された透過膜と、

前記不透過部材の少なくとも一方に前記空間と外部とを連通させるように設けられ前記透過膜を透過した透過物を流出させる流出口と、

前記空間内であって前記透過膜の透過対象物側に設けられた攪拌体と、を有する反応分画濾過装置であって、

前記攪拌体は、攪拌軸と、

前記攪拌軸を振動させる駆動源と、

前記攪拌軸に取り付けられた複数の攪拌羽根と、を有し、

前記攪拌羽根には、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間および前記攪拌羽根と透過膜と間の少なくとも一方で前記透過対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部が設けられていることを特徴とする反応分画濾過装置。

【請求項5】 請求項4に記載の反応分画濾過装置において、

前記切欠き部は、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間で前記透過対象物が流通可能なように、前記攪拌羽根の左右端に交互に設けられていることを特徴とする反応分画濾過装置。

【請求項6】 請求項4に記載の反応分画濾過装置において、

前記切欠き部は、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間で前記透過対象物が流通可能なように、前記攪拌羽根の前後端に交互に設けられていることを特徴とする反応分画濾過装置。

【請求項7】 請求項4に記載の反応分画濾過装置において、

更に、前記スペーサ部材には、その内壁に突出し前記攪拌羽根と交互に配置されるように複数の仕切板が設けられ、

前記攪拌羽根と仕切板とスペーサ部材の内壁の間で前記透過対象物が流通可能な間隙が設けられていることを特徴とする反応分画濾過装置。

【請求項8】 請求項4から請求項7のいずれかに記載された反応分画濾過装置において、

更に、前記不透過性支持板およびスペーサ部材の少なくとも1つの外壁に、熱交換媒体が流通する流通路が設けられていることを特徴とする反応分画濾過装置

【請求項9】 請求項4から請求項7のいずれかに記載された反応分画濾過装置が少なくとも2つ以上並列に配置されることを特徴とする反応分画濾過装置

【請求項10】 請求項9に記載の反応分画濾過装置において、

更に、各反応分画濾過装置間には、熱交換媒体が流通する流通路が設けられて

いることを特徴とする反応分画濾過装置。

【請求項11】 反応させる物質を振動攪拌する工程と、
振動攪拌しながら反応により生成した生成物を透過膜を介して分別収集する工
程と、
を有する反応物精製方法。

【請求項12】 エマルションのうち所定径内のエマルションを透過膜を
介して分別収集する工程を有するエマルションの混合分画方法。

【請求項13】 油相と水相とを振動攪拌混合する工程と、
振動攪拌しながら生成したエマルションのうち所定径内のエマルションを透過
膜を介して分別収集する工程と、
を有するエマルションの混合分画方法。

【請求項14】 粒状物または粉状物のうち所定粒子径の粒状物または粉状
物を透過膜を介して分別収集する工程を有する粒状物または粉状物の分画方法。

【請求項15】 振動攪拌しながら濾過膜によって濾過または抽出させる濾
過抽出方法。

【請求項16】 振動攪拌しながら重合反応を行い、透過膜を介して高分子
を分画する高分子分画方法。

【請求項17】 請求項11から請求項16のいずれかに記載の方法は、請
求項1から請求項10のいずれかに記載の装置を用いて行われることを特徴とす
る方法。

【請求項18】 請求項11から請求項16のいずれかに記載の方法は、請
求項1から請求項10のいずれかに記載の装置を用いて逆浸透濾過を行うことを
特徴とする逆浸透濾過方法。

【請求項19】 請求項11から請求項16のいずれかに記載の方法は、請
求項1から請求項10のいずれかに記載の装置を用いて、限外濾過を行うことを
特徴とする限外濾過方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は反応分画濾過装置及びこれを用いた方法、特に振動攪拌しながら透過膜または濾過膜を用いて所望の生成物を分別収集可能な装置および方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

ウルトラフィルトレーション（UF）や逆浸透濾過（RO）を行う濾過装置として、本願発明者らの提案した図31および図32に示されているようなものが知られている（特願平10-262225号）。このような濾過装置は、不透過性部材からなる一対の支持板1a, 1bの両端部に、一対の不透過性のスペーサ部材3が挟み込まれるように配置されており、これによって形成された空間内に膜状の濾材4が配置されて構成されている。濾過の対象物となる試料（被濾過物）は、この濾材4に挟まれた空間内に入れられ、この状態でこの空間内を加圧するか、あるいは濾材4を隔てて外部から減圧させることによって、濾材4を透過し、濾液は流出口5から取り出される。

【0003】

更に、この装置には、支持体1a, 1bの内壁に添ってそれぞれ濾材4が配置され、その2枚の濾材4に平行に攪拌体2が配置されている。攪拌体2は、攪拌軸2aに取り付けられた梯子体2bとからなり、濾材4間で上下振動すると、濾材4の内壁近傍に形成された境膜およびケーキ層の形成が抑制され、濾過効率の低下を防止できる。

【0004】

ここで、原液中の分離対象物が、膜透過流束によって膜方面に運ばれ、膜によって阻止されることによって膜表面近傍に蓄積し、膜表面の濃度が、原液本体の濃度に比べ高くなり（これを濃度分極現象という）、これによって膜表面に「境膜」が形成される。この境膜によって、濾過抵抗が増すため、一般に濾過効率が低下することが知られている。

【0005】

また、上記「ケーキ層」とは、例えば粒状物または粉状物が分散した溶液から、粒状物または粉状物を膜により濾過する場合、膜表面近傍に粒状物または粉状

物が堆積することによって形成される層をいう。

【0006】

図32(B)に示されているように、攪拌体2の梯子状2bには、複数の攪拌羽根2cを攪拌軸2aに上下に所定の間隔をおいて保持された梯子状に形成されている。また、濾材4に対して相対的に振動するように構成されており、更に、攪拌羽根2cに切欠き部2dが形成され、スペーサ部材3の内壁面3aとの間に被濾過物が流通可能な間隙Cが左右交互に形成されている。これによって、この流路に従って被濾過物が流通し、その淀みをなくし、境膜およびケーキ層の発生を抑制できる。なお、複数の攪拌羽根2cは、補強軸2eによって更に一体に振動するようになっている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

上記濾過装置では、上記空間内で被濾過物を左右交互に流通させていき、境膜およびケーキ層の生成を抑えて濾過を行っていた。

【0008】

しかしながら、透過物や被濾過物は、その種類に応じてかなりその物性が異なる。従って、これらの物性に応じて、被濾過物の流通方法を変えないと、境膜およびケーキ層の生成を効率的に抑えることができないおそれがある。

【0009】

そこで、本発明は、前記の課題を解決するためになされたものであり、被濾過物の流通方法を各種変更可能な装置であって、更に各種の反応分画濾過作業を1つの装置内で行うことが可能な反応分画濾過装置およびこれを用いた方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

前述の課題を解決するために、本発明に係る反応攪拌装置は、以下の特徴を有する。

【0011】

(1) 一対の不透過性支持板と、前記一対の不透過性支持板を所定間隔に配置

するために前記一对の不透過性支持板端部に係合する一对のスペーサ部材と、前記一对の不透過性支持板と一对のスペーサ部材とによって形成された空間内に設けられた攪拌体と、を有する反応攪拌装置であって、前記攪拌体は、攪拌軸と、前記攪拌軸を振動させる駆動源と、前記攪拌軸に取り付けられた複数の攪拌羽根と、を有する。

【0012】

一对の不透過性支持体とスペーサ部材によって形成された空間内で溶液を振動攪拌するため、反応効率が向上する。また、乳化の場合も、均一なエマルションが容易に形成される。

【0013】

(2) 上記(1)に記載の反応攪拌装置において、前記攪拌羽根には、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間の少なくとも一方で対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部が設けられている。

【0014】

切欠き部を介して、例えば反応や乳化の対象物が前記空間内を流通し、更に、反応・乳化の効率を向上させることができる。

【0015】

(3) 上記(1)または(2)に記載の反応攪拌装置において、更に、前記不透過性支持板およびスペーサ部材の少なくとも1つの外壁に、熱交換媒体が流通する流通路が設けられている。

【0016】

上記構成により、熱交換を行いながら反応攪拌処理を行うことができるので、例えば加熱しなければ流体にならないものでも、加熱しながら反応攪拌処理を行うことが可能になり、汎用性が向上する。また、一定の温度で反応を行い場合にも、装置内を上記流通路を介して冷却または加温することが可能となる。

【0017】

また、前述の課題を解決するために、本発明にかかる反応分画濾過装置は、以下の特徴を有する。

【0018】

(1) 一対の不透過性支持板と、前記一対の不透過性支持板を所定間隔に配置するために前記一対の不透過性支持板端部に係合する一対のスペーサ部材と、前記一対の不透過性支持板と一対のスペーサ部材とによって形成された空間に配置された透過膜と、前記不透過部材の少なくとも一方に前記空間と外部とを連通させるように設けられ前記透過膜を透過した透過物を流出させる流出口と、前記空間内であって前記透過膜の透過対象物側に設けられた攪拌体と、を有する反応分画濾過装置であって、前記攪拌体は、攪拌軸と、前記攪拌軸を振動させる駆動源と、前記攪拌軸に取り付けられた複数の攪拌羽根と、を有し、前記攪拌羽根には、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間および前記攪拌羽根と透過膜と間の少なくとも一方で前記透過対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部が設けられている。

【0019】

攪拌軸によって複数の攪拌羽根を振動させることにより、透過膜近傍での境膜形成を抑制することができるので、透過効率が向上する。更に、上述のような切欠き部を攪拌羽根に設けることによって、透過対象物を上記空間内に流通させることによって、空間内の透過対象物濃度を均一にすることが可能なので、透過効率が更に向上する。また、上記装置内で反応させながら濾過を行う場合には、この切欠き部による反応液の流通促進によって、反応効率が向上すると共に、透過時の透過効率も向上する。

【0020】

(2) 上記(1)に記載の反応分画濾過装置において、前記切欠き部は、前記攪拌羽根とスペーサ部材の内壁との間で前記透過対象物が流通可能なように、前記攪拌羽根の左右端に交互に設けられている。

【0021】

(3) 上記(1)に記載の反応分画濾過装置において、前記切欠き部は、前記攪拌羽根と不透過性支持板の内壁との間で前記透過対象物が流通可能のように、前記攪拌羽根の前後端に交互に設けられている。更に、切欠き部の位置を帰すことによって、流通性を変えることができる。

【0022】

上記（2）および（3）のように、切欠き部を設けることによって、透過対象物を空間内に流通させ、透過膜近傍での境膜形成を阻止することができる。

【0023】

（4）上記（1）に記載の反応分画濾過装置において、更に、前記スペーサ部材には、その内壁に突出し前記攪拌羽根と交互に配置されるように複数の仕切板が設けられ、前記攪拌羽根と仕切板とスペーサ部材の内壁の間で前記透過対象物が流通可能な間隙が設けられている。

【0024】

上記仕切板によって、更に透過対象物の乱流が促進され、上述の境膜形成が抑制される。

【0025】

（5）上記（1）から（4）のいずれかに記載された反応分画濾過装置において、更に、前記不透過性支持板およびスペーサ部材の少なくとも1つの外壁に、熱交換媒体が流通する流通路が設けられている。

【0026】

上記構成により、熱交換を行いながら透過処理を行うことができるので、例えば加熱しなければ流体にならないものでも、加温しながら透過処理を行うことが可能になり、汎用性が向上する。

【0027】

また、一定の温度で反応を行いながら透過処理を行う場合にも、装置内を上記流通路を介して冷却または加温することが可能となる。

【0028】

（6）上記（1）から（4）のいずれかに記載された反応分画濾過装置が少なくとも2つ以上並列に配置される。

【0029】

従って、並列された装置を連結させて連続処理を行うことができる。

【0030】

（7）上記（6）に記載の反応分画濾過装置において、更に、各反応分画濾過

装置間には、熱交換媒体が流通する流通路が設けられている。

【0031】

上記構成により、熱交換を効率的に行えると共に、例えば並列した複数の装置で同一の処理を行えば、生成効率が向上する。一方、一連の反応分画処理を複数段に亘って行う場合、並列に配置した装置で一連の処理を行うことが可能である。

【0032】

また、本発明にかかる方法は、以下の特徴を有する。

【0033】

(1) 反応させる物質を振動攪拌する工程と、振動攪拌しながら反応により生成した生成物を透過膜を介して分別収集する工程と、を有する反応物精製方法である。

【0034】

これにより、反応しながら生成物を分別回収することができ、効率的な処理を行うことが可能となる反応物精製方法である。

【0035】

(2) エマルションのうち所定径内のエマルションを透過膜を介して分別収集する工程を有するエマルションの混合分画方法である。

【0036】

これにより、所望の径のエマルションを分別収集できる。

【0037】

(3) 油相と水相とを振動攪拌混合する工程と、振動攪拌しながら生成したエマルションのうち所定径内のエマルションを透過膜を介して分別収集する工程と、を有するエマルションの混合分画方法である。

【0038】

これにより、エマルションを生成しながら、所定径内のエマルションを分別収集することができるので、より均一なエマルションを得ることができる。

【0039】

(4) 粒状物または粉状物のうち所定粒子径の粒状物または粉状物を透過膜を

介して分別収集する工程を有する粒状物または粉状物の分画方法である。

【0040】

これにより、所定の粒子径の粒状物または粉状物を得ることができる。

【0041】

(5) 振動攪拌しながら濾過膜によって濾過または抽出させる濾過抽出方法である。

【0042】

振動攪拌しながら濾過を行うので、濾過膜近傍での境膜形成を抑制することができる。

【0043】

(6) 振動攪拌しながら重合反応を行い、透過膜を介して高分子を分画する高分子分画方法。

【0044】

重合反応により得られた重合物の中から、所望の分子量または粒径の高分子を分画することができる。

【0045】

(7) 上記(1)から(6)のいずれかに記載の方法は、上述の(1)から(3)のいずれかの反応攪拌装置、或いは(1)から(7)のいずれかに記載の反応分画濾過装置を用いて行われることを特徴とする方法である。

【0046】

(8) 上記(1)から(6)のいずれかに記載の方法は、上述の(1)から(3)のいずれかの反応攪拌装置、或いは(1)から(7)のいずれかに記載の反応分画濾過装置を用いて、逆浸透濾過を行う逆浸透濾過方法である。

【0047】

(9) 上記(1)から(6)のいずれかに記載の方法は、上述の(1)から(3)のいずれかの反応攪拌装置、或いは(1)から(7)のいずれかに記載の反応分画濾過装置を用いて、限外濾過を行う限外濾過方法である。

【0048】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を、図を用いて説明する。

【0049】

実施の形態1.

図1～図5には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。

【0050】

図1～図3に示すように、装置10は、一対の不透過性支持板16と、一対の不透過性支持板16を所定間隔に配置するために一対の不透過性支持板16の端部に係合する一対のスペーサ部材12とによって、空間が形成されている。そして、この空間内には、透過膜14が配置されている。また、一対の不透過性支持板16には、それぞれ空間と外部とを連通させるように、透過膜14を透過した透過物を流出させる流出口15が設けられている。また、装置10の上部には、空間内にある物質を取り出し可能な取出口42が設けられ、一方装置10の底部には、空間内に物質を挿入可能な取入口44, 46が設けられている。また、装置10の側部、本実施の形態ではスペーサ部材12側にも、空間内に物質が導入可能な取入口48が設けられている。なお、後述する装置10の構成に応じて、取入口48は不透過性支持板16側に設けられてもよい。

【0051】

また、上記空間内であって、透過膜14に囲まれた部分に透過対象物が入れられる。透過対象物が入っている空間内に、攪拌体20は配置される。この攪拌体20は、攪拌軸22と、攪拌軸22を振動させる駆動源（図示せず）と、攪拌軸22に取り付けられた複数の攪拌羽根24とを有する。更に、装置上部には、攪拌軸を受けるための軸受17が設けられている。なお、本実施の形態では、軸受を設けたが、攪拌軸が振動可能であれば軸受を用いても用いなくてもどちらでもよい。

【0052】

なお、上記駆動源は、モータや超音波等の公知の駆動源を用いることができる。また、透過膜14として、複数の孔を有するマトリックス形状の膜が挙げられ、例えば高分子膜や透過無機膜を用いることができる。高分子膜としては、例え

ば「デブス・フィルター」、「メンブレン・フィルター」等の有機膜や、pHや温度によってその孔径を変化させる（孔の開閉を含む）機能性膜等を用いることができ、また透過無機膜としては、例えば纖維断面形状が三角であり、この纖維間の距離に応じて透過物径が制限される「ウェッジワイアスクリーン」や、セラミック膜、多孔性ガラス膜、金属焼結物膜、プラズマ加工無機膜等を用いることができる。

【0053】

上記攪拌羽根24には、攪拌羽根24とスペーサ部材12の内壁との間および攪拌羽根24と透過膜14と間で透過対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部26が設けられている。すなわち、切欠き部26は、積層された攪拌羽根に対して、左右交互に設けられている。これにより、透過対象物を流通させることができる。

【0054】

なお、切欠き部26は、例えば図3に示すような攪拌羽根の端部の両角を切り欠いた形状の切欠き部26aであっても、図4に示すような端部切断型の切欠き部26bであっても、更に図5に示すような端部に設けられた少なくとも1つの孔26cであっても良い。但し、切欠き部26の形状は、上述の構成に限るものでなく、透過対象物の流通を促進可能な切欠きであれば、いかなる形状であってもよい。

【0055】

また、透過膜14と不透過性支持板16との間に、金網状膜を設けてもよい。通常、透過膜14は薄膜であるため、攪拌羽根24の攪拌振動によって、若干撓む。その際に、攪拌羽根24が透過膜14に接触した場合、透過膜14が破損するおそれがある。そこで、透過膜14と攪拌羽根24との接触を阻止するよう、両者間に金網状膜を設けることが好適である。

【0056】

また、少なくとも1枚の透過膜14は、一対の不透過性支持板16の間に挟み込まれるように配置されていてもよい。

【0057】

また、図14に示すように、不透過性支持板16の内壁表面には、1つ以上の溝18が形成されている。これよって、透過膜14より透過した物質が溝18を介して容易に流出口15に導かれる。なお、本実施の形態では、溝18の横断面は、略三角形であるがこれに限るものではなく、透過した物質が円滑に流出口15に到達する形状であれば、どのような形状であってもよい。

【0058】

実施の形態2.

図6～図8には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。なお、実施の形態1の構成と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。

【0059】

上述の実施の形態1では、攪拌羽根24の左右端に交互に切欠き部を設けたのに対して、本実施の形態では、攪拌羽根24と不透過性支持板16の内壁との間および攪拌羽根24と透過膜14と間で透過対象物が流通可能なように、攪拌羽根24の前後端に交互に切欠き部が設けられている。

【0060】

すなわち、本実施形態における切欠き部は、図6に示すように、攪拌羽根24の長手方向の一部に三角形の切欠き部36aであってもよく、また図7に示すように、攪拌羽根24の長手方向に沿った面を切除した切欠き部36bでもよく、更に図8に示すように、攪拌羽根24の長手方向の辺に少なくとも1つ以上の孔36cを設けてよい。なお、切欠き部の形状は、上述の構成に限るものでなく、透過対象物の流通を促進可能な切欠きであれば、いかなる形状であってもよい。

【0061】

実施の形態3.

図9には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。なお、実施の形態1の構成と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。

【0062】

本実施の形態では、スペーサ部材32の内壁より突出した仕切板38が複数設けられている。そして、この仕切板38と攪拌羽根24とは交互になるように配置されている。更に、攪拌羽根24と仕切板38とスペーサ部材32の内壁の間には、透過対象物が流通可能な間隙36がそれぞれ設けられている。

【0063】

これにより、上述の実施の形態に比べ、透過対象物の乱流が促進され、ショートパスを無くし、更に境膜の形成を抑制することができる。

【0064】

なお、本実施の形態では、両スペーサ部材32に仕切板38が突出形成されているが、これに限るものではなく、スペーサ部材32の片側のみに仕切り板38を突出形成してもよい。

【0065】

また、本実施の形態では、透過膜（または濾過膜）14が、不透過性支持板16側のみに形成されているが、これに限るものではなく、スペーサ部材側にも透過膜14を設けてもよい。

【0066】

実施の形態4.

図9に示す装置100の外表面を覆うように、熱交換媒体が流通可能なジャケット（図示せず）を形成してもよい。上記熱交換媒体としては、例えば冷熱交換媒体と温熱交換媒体が挙げられ、冷熱交換媒体としては例えば冷却水、液体窒素、液体二酸化炭素等が挙げられ、温熱交換媒体としては、温水、蒸気、シリコーン油類等が挙げられる。

【0067】

これにより、反応分画濾過処理に適した温度域で、作業を行うことができるため、処理効率が向上する。

【0068】

実施の形態5.

図10および図11には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。なお、実施の形態1の構成と同一の構成には

同一の符号を付しその説明を省略する。

【0069】

本実施の形態では、上記実施の形態4に示した構成の装置100が少なくとも2つ以上並列に配置されており、装置100間、すなわちスペース部材32の外壁間に、熱交換媒体が流通する流通路50a, 50b, 50c, が設けられている。なお、熱交換媒体は、上述と同様のものを用いることが可能であるため、その説明を省略する。

【0070】

スペース部材32の外壁面に流通路50a, 50b, 50cを設けることによって、スペーサ32の内壁および仕切板38を介して透過対象物の熱交換を効率よく行うことが可能となる。

【0071】

なお、本実施の形態では、スペース部材32側のみに、流通路50a, 50b, 50cを設けたが、これに限るものではなく、不透過性支持板16側にも、熱交換媒体を流通させる流通路を設けてもよい。これによって、更に熱交換効率が向上する。

【0072】

実施の形態6.

図15～図19には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。なお、実施の形態1の構成と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。

【0073】

本実施の形態では、実施の形態1に示す装置を変形させ、透過対象物等を入れた隣り合う空間28a, 28bおよび28b, 28cが、不透過性支持板16b, 16cをそれぞれ共用するように、重ね合わせ構造になっている。これにより、装置構成が積層されているのにも拘わらず、コンパクトになる。

【0074】

上記構成の装置において、不透過性支持板16b, 16cに設けられた流出口15は、例えば図16（A），（B）のような構造になっている。すなわち、隣

り合う空間28bと28cから同一の透過物が得られる場合には、図16(A)に示す、不透過性支持板16の厚み方向の流出口15の縦断面のように、略T字型が好ましい。一方、隣り合う空間28bと28cから、異なる透過物が得られる場合には、図16(B)に示す流出口の縦断面は、それぞれ略L字型の流出口15a, 15bであることが好ましい。

【0075】

更に、上記の重ね合わせ構造の装置において、熱交換媒体によって冷却または加温する場合には、共有される不透過性支持板16b, 16c内に、図17に示すように、熱交換媒体の流通する流通路60が設けられている。流通路60の形状は、図17に示す蛇腹型に限らず、熱交換可能であれば、どのような形状でもよい。また、本実施の形態では、熱交換媒体を下方から流入させて上方から流出させているが、この逆であってもよい。

【0076】

また、透過膜14を内壁全体に配置しなくてもよく、図18に示すように、不透過性支持板16側だけに設けてよい。その場合、不透過性支持板16とスペーサ部材12の間に、透過膜14の端部を挟み込み、不透過性支持板16とスペーサ部材12とを例えばOリング19によって係合させ、透過膜14を固定してもよい。

【0077】

また、図19に示すように、予め不透過性支持板16と透過膜14との間に一定の距離を設けるように構成してもよい。そして、流出口15cは、装置下部に設けられ、装置底部に排出口が設けられている。この流出口15cの近傍であって、装置底部の透過膜14端部は、スペーサ部材12の端部に設けられた溝に挟み込まれ、Oリング19によって固定される。

【0078】

実施の形態7.

図20には、本実施の形態に係る反応攪拌装置の構成が示されている。なお、実施の形態1の構成と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。

【0079】

本実施の形態では、対峙する一対の不透過性支持板16の内壁に、それぞれ突出した仕切板70が設けられている。この仕切板70によって、攪拌振動時における装置内の溶液等の乱流が促進され、ショートパスを無くし、反応、乳化等の効率が向上する。

【0080】

なお、本実施の形態で、熱交換媒体によって熱交換を行う場合には、上述の実施の形態6で示した図17の構成のように、不透過性支持板16内に流通路60を設けてもよい。

【0081】

実施の形態8.

図21には、本実施の形態に係る反応分画濾過装置（以下「装置」と略す）の構成が示されている。なお、実施の形態1および7の構成と同一の構成には同一の符号を付しその説明を省略する。

【0082】

本実施の形態では、対峙する不透過性支持板16の一方内壁のみ複数の突出した仕切板70が設けられ、他方の内壁側には、透過膜14が配置されている。

【0083】

上記構成の装置を変形させた装置200a, 200b, 200cを、図22に示すように、不透過性支持板16b, 16cを共用するように重ね合わせて構成することも可能である。このように構成することによって、コンパクトな装置構成とすることができます。

【0084】

また、図23には、複数の装置を連結させて連続処理を可能にした装置の概略図が示されている。

【0085】

貯留槽400a, 400bには、それぞれ異なる溶液210a, 210bが貯留されている。そして、ポンプ80a, 80bによって、溶液210a, 210bをそれぞれ装置300aの取入口44a, 46aに流入させる。そして、攪拌体20をモータ82aで攪拌振動させて、2液を攪拌させる。攪拌された溶液は

、取出口42aから取り出され、更に装置300bの取入口44bに導入される。攪拌された溶液は、更に装置300b内で攪拌され、取出口42bより装置300cの取入口44cに導入される。このように、連続して複数の装置で連続的に攪拌されることによって、効率よく反応させたり、乳化させたりすることができる。更に、各装置300a, 300b, 300c, ... にそれぞれ透過膜を設けておけば、連続して流れる溶液から効率よく透過物を得ることができる。

【0086】

なお、図23では、例えば実施の形態1で説明した独立の装置を複数並列させて並べた構成になっているが、これに限るものではない。例えば、図22に示すように、不透過性支持板16を共用させるようにして、不透過性支持板16側で重ね合わせた複合装置を立て配置してもよく、また、前記複合装置を寝かせて積層構造で用いてもよい。

【0087】

上述した実施の形態1～6および8の装置は、混合、反応を行いながら、抽出、濾過、分画を行うことが可能であり、更に重合反応をしながら高分子の分画を同じ装置内で行うことができ、またエマルションを調製しながらエマルションの分画を行うことが可能であることは言うまでもない。また、実施の形態7の装置は、濾過、透過以外の攪拌、乳化、反応を行うことが可能な装置である。

【0088】

更に、攪拌羽根の振動数を高くすることによって透過流束が向上し、更に、本装置は、振動攪拌を行うため、原液流量が小さくても境膜を抑制でき、効率よく抽出、濾過、分画を行うことができる。

【0089】

また、本発明の装置の攪拌体20の駆動機構としては、図12および図13に示すような磁性体とバネの組み合わせからなる機構を採用することができる。図12には、磁性体で構成した攪拌体20の軸にバネを取り付け、ソレノイド57への印加を間欠的に行うことによって、攪拌体20を振動させるようにした構成が示されている。また、図13には、攪拌体20の軸を磁性体で構成し、一対のバネと一対のソレノイドの組み合わせによって、攪拌体20を振動させるように

した構成が示されている。なお、バネとソレノイドは、スペーサ部材または不透過性支持板に埋設したり、取り付けたりして一体化するようにしても、それぞれ独立のものとするようにしてもよい。

【0090】

次に、本発明の方法について以下に説明する。

【0091】

<反応物精製方法>

本発明の反応物精製方法は、反応させる物質を振動攪拌する工程と、振動攪拌しながら反応により生成した生成物を透過膜を介して分別収集する工程と、を有する方法である。

【0092】

上記反応方法は、上述の装置を用いて行うことができる。例えば、酵素やバクテリアを用いて、装置内で反応させた後、酵素またはバクテリアが透過不可能な孔径の透過膜を介して反応生成物のみ流出口より分別回収することが可能となる。

【0093】

これにより、一般に反応後に個別に行われる分離精製工程を、本発明の方法であれば反応と同時に行うことが可能となる。

【0094】

合成反応方法に用いる装置構成の例を図26および図27に示す。図中、透過膜14a, 14bを有する装置10a, 10bは、一方対角線が引かれた四角で表し、また、透過膜を有しない反応攪拌装置110は、四角のみで表現した。

【0095】

図26に示すように、攪拌機を備えた槽400において、溶媒と反応させる物質と酵素またはバクテリア等の基質とを混合して反応させ反応液Eを生成する。反応液Eは、流量調整弁90を介して装置10aに送られる。装置10aには、溶媒のみ透過可能な孔径を有する透過膜14aが配置されている。従って、透過膜14aを透過した溶媒Fは槽400に戻される。一方、透過膜14aを透過できなかった反応生成物と基質との混合物Gは、装置10bに送られる。装置10

bでは、基質と反応生成物とを分別可能な孔径を有する透過膜14bが配置されており、基質と反応生成物が分別される。分別された基質Jは、再度槽400に戻され、反応に供される。一方、分別された反応生成物Hは、最終製品または他の反応中間体として供される。

【0096】

また、基質として、酵素を無機系または有機系の微粒子に固定したものを用いることもできる。更に、pH調製剤や炭酸ガス等の添加剤Kを装置10aに添加してもよい。

【0097】

一方、図27に示すように、上記槽400の代わりに、透過膜を有しない点以外は上述の実施の形態に記載の装置と同一の構成を有する反応攪拌装置110を用いて合成反応を行ってもよい。

【0098】

また、光(触媒)反応を上述の装置を用いて行うと、下部から被反応物を導入し、光(触媒)反応によって生成した生成物を装置上部より取り出し、未反応物や溶媒等を透過膜より濾過することができる。これにより、1つの装置で、反応と濾過・抽出を行うことができ、作業効率も向上する。

【0099】

一方、分解反応の場合の装置構成の例について、図28および図29に示す。

【0100】

被分解物と分解に寄与する基質と溶媒の混合物は、槽400内で混合攪拌され分解反応が起り、分解液Lは流量調節弁90を介して装置10に送られる。分解液Lは、装置10の透過膜14によって、分解物および溶媒の混合物Mと基質Nとに分別される。基質Nは再度槽400に戻され、分解反応に供される。

【0101】

なお、更に分解物と溶媒とを透過膜を有する装置10によって分別してもよい

【0102】

また、図29に示すように、槽400の代わりに、透過膜を有しない点以外は

上述の実施の形態に記載の装置と同一の構成を有する反応攪拌装置110を用いて分解反応を行ってもよい。

【0103】

<エマルションの混合分画方法>

本発明のエマルションの混合分画方法は、例えば上述の実施の形態7の装置を用いて、エマルションのうち所定径内のエマルションを透過膜を介して分別収集する。また、本発明のエマルションの分画方法は、油相と水相とを振動攪拌混合する工程と、振動攪拌しながら生成したエマルションのうち所定径内のエマルションを透過膜を介して分別収集する工程と、を有する。例えば、上述の実施の形態1～6および8に記載の装置を用いれば、上記方法を行うことができる。

【0104】

例えば、エマルションの混合分画を行う装置構成が、図24に示されている。なお、図中、透過膜14a, 14b, 14cを有する装置10a, 10b, 10c等は、一方対角線が引かれた四角で表し、また図25以降の図において、透過膜を有しない反応攪拌装置は、四角のみで表現した。

【0105】

エマルションは、槽400内で攪拌機を用いて生成される。生成されたエマルションAは、図25(a)に示されるような粒子径分布を有する。このエマルションAは、流量調整用の弁90を介して装置10aに送られる。そして、装置10aにおいて、第1の所定の粒子径より大きいエマルションBは、透過膜14aを透過できず濾されて、槽400に送られ、再度エマルションの形成に供される。一方、第1の所定の粒子径以下のエマルションA'は、透過膜14aを透過して、装置10bに送られる(図25(b))。装置10bには、先の透過膜14aの第1透過孔より孔径の小さい第1透過孔を有する透過膜14bが配置されている。従って、装置10bにおいて、第2の所定の粒子径以上かつ第1の所定粒子以下のエマルションA''は、透過膜14bに濾され、所望のエマルション分画を行うことができる(図25(c), (d))。一方、第2の所定の粒子径以下のエマルションCは、装置10cに送られる。透過膜14cは、先の透過膜14bの第2透過孔より孔径が小さい第3透過孔を有する。従って、透過膜14cに

おいて、エマルションCは、エマルションC' と連続相Dとに分別される。連続相Dは、槽400に送られ、再度エマルション形成に供される。

【0106】

なお、図24の装置構成を並列に並べた場合には、上記流量調整用の弁90の代わりにポンプを用いててもよい。

【0107】

上記方法も、上述の装置を用いて行うことができる。装置内に油相と水相を所定量入れ、攪拌体によって振動攪拌しながら、エマルションを形成し、同時に生成した所定径内のエマルションを分別収集することができる。これによって、より均一なエマルションを得ることができる。

【0108】

<粒状物または粉状物の分画方法>

本発明の粒状物または粉状物の分画方法は、粒状物または粉状物のうち所定粒子径の粒状物を透過膜を介して分別収集する方法である。本方法は、例えば上述の図24に示す装置構成を用いることができる。粒状物または粉状物を溶液に分散し、槽400に攪拌貯留する。そして、透過孔径の異なる透過膜をそれぞれ配した装置10a, 10b, 10cを分画濾過することによって、所望の粒子径の粒状物または粉状物を得ることができる。

【0109】

<濾過方法>

本発明の濾過方法は、振動攪拌しながら濾過膜によって濾過する方法である。上記方法も、上述の装置を用いて行うことができる。上記方法により、振動攪拌しながら濾過を行うので、濾過膜近傍での境膜形成またはケーキ層形成を抑制することができる。

【0110】

<抽出方法>

本発明の抽出方法は、振動攪拌しながら透過膜を介して所望の物質を抽出する方法である。上記方法も、上述の装置を用いて行うことができる。上記方法により、振動攪拌しながら透過させるので、透過膜近傍の境膜形成またはケーキ層形

成を抑制することができる。

【0111】

なお、濾過・抽出処理において、同一孔径を有する透過膜を用いても、その処理時の温度や圧力等によって、若干透過する粒子径が異なる。孔径の異なる透過膜を二重にした配置し、膜間から抽出すると、上下限された所望の径の透過物を限定して収集することができる。

【0112】

<高分子分画方法>

本発明の高分子分画方法は、振動攪拌しながら重合反応を行い、透過膜を介して高分子を分画する方法である。上記方法も、上述の装置を用いて行うことができる。装置内に、重合可能なモノマーと必要に応じて重合開始剤を添加し、例えば実施の形態4または5、6、8に示した装置により加温／冷却しながら、重合反応を行い、一定時間後、所定分子量以内の高分子のみ透過させることができる。これにより、1つの装置で、重合反応と高分子の分画処理を行うことができ、作業の効率化が図れる。

【0113】

上述の高分子の分画に用いる装置構成の具体例を、図30に示す。なお、上述の装置と同一の構成については同一の符号を付し、その説明を省略する。

【0114】

本装置は、例えば、多孔性高分子化合物内に、薬剤、酵素またはバクテリア等の内包物を含有する微粒子を生成する場合に用いることができる。

【0115】

上記内包物と高分子化合物とエマルション生成用油相および水相となる溶液を攪拌し、得られたエマルションE_mを装置10aに送る。エマルションE_mは、装置10aにおいて、透過膜14aによりエマルションPと溶液Oとに分別される。分別された内包物含有微粒子Pを反応攪拌装置110a、110bにおいて攪拌しながら、内包物含有微粒子Pの外殻を形成する高分子化合物を硬化させ、多孔性微粒子を生成させる。更に、多孔性微粒子とこの生成に伴い発生した溶液とを装置10bの透過膜14bによって固-液分離し、内包物含有多孔性微粒子

Qを製品として得ることができる。一方、溶液Rは更に装置10cに送られ、油相Sと水相Tに液一液分離される。

【0116】

なお、高分子化合物の硬化を促進させるために、反応攪拌装置110a, 110bに、光、重合開始剤、架橋剤等を適宜添加してもよい。また、装置10cは、更に性質の異なる溶液を分離する液一液分離装置であってもよい。

【0117】

また、本実施の形態における「高分子化合物」には、重合性モノマーからなるもの、天然高分子化合物、水ガラス等の無機高分子化合物等が含まれる。

【0118】

なお、上述した装置およびそれを用いた方法により得られた微粒子または粒子は、ほぼ均一な径の粒子として得られるため、例えば印刷機・複写機用のトナー、化粧品用の顔料・カプセル、薬品原料として用いることができる。

【0119】

【発明の効果】

以上のように、本発明に係る反応分画濾過装置およびこれを用いた方法によれば、攪拌振動させながら分画濾過を行うため、透過膜近傍に境膜およびケーキ層の形成を抑制することができる。このため、境膜による透過抵抗の減少を抑えることができ、効率よく分画、濾過、抽出を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態1の構成を示す正面図である。

【図2】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態1の構成を示す側面断面図である。

【図3】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態1の構成を示す横断面図である。

【図4】 本発明に係る装置に用いる攪拌羽根の切れき部の他の例を示す図である。

【図5】 本発明に係る装置に用いる攪拌羽根の切れき部の他の例を示す図

である。

【図6】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態2の構成を示す横断面図である。

【図7】 本発明に係る装置に用いる攪拌羽根の切れき部の他の例を示す図である。

【図8】 本発明に係る装置に用いる攪拌羽根の切れき部の他の例を示す図である。

【図9】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態3の構成を示す側面断面図である。

【図10】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態5の構成を示す側面断面図である。

【図11】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態5の構成を示す横断面図である。

【図12】 本発明の攪拌体駆動源の一例を示す図である。

【図13】 本発明の攪拌体駆動源の他の例を示す図である。

【図14】 本発明における不透過性支持板に設けられた溝の構成を示す図である。

【図15】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態6に示す複合体の構成を示す断面図である。

【図16】 図15に示すB-B'線に沿った部分断面図である。

【図17】 図15に示すC-C'線に沿った断面図である。

【図18】 不透過性支持板とスペーサ部材によって透過膜を固定する構造を説明する図である。

【図19】 流出口近傍における透過膜の固定構造を説明する図である。

【図20】 本発明に係る反応攪拌装置の実施の形態7の構造を示す縦断面図である。

【図21】 本発明に係る反応分画濾過装置の実施の形態8の構成を示す縦断面図である。

【図22】 図21の装置を変形させ複合体にした装置構成を説明する縦断

面図である。

【図23】 本発明の装置を複数並列に連結して連続反応を可能とする構成を説明する概略図である。

【図24】 本発明のエマルションの分画方法に用いる装置構成の一例を示す概略図である。

【図25】 図24の装置によりエマルションが分画される過程を説明する図である。

【図26】 本発明における反応物精製方法の合成反応に用いる装置構成の一例を示す概略図である。

【図27】 本発明における反応物精製方法の合成反応に用いる装置構成の他の例を示す概略図である。

【図28】 本発明における反応物精製方法の分解反応に用いる装置構成の一例を示す概略図である。

【図29】 本発明における反応物精製方法の分解反応に用いる装置構成の他の例を示す概略図である。

【図30】 本発明の高分子分画方法に用いる装置構成の一例を示す概略図である。

【図31】 従来の濾過装置の構成を示す正面図である。

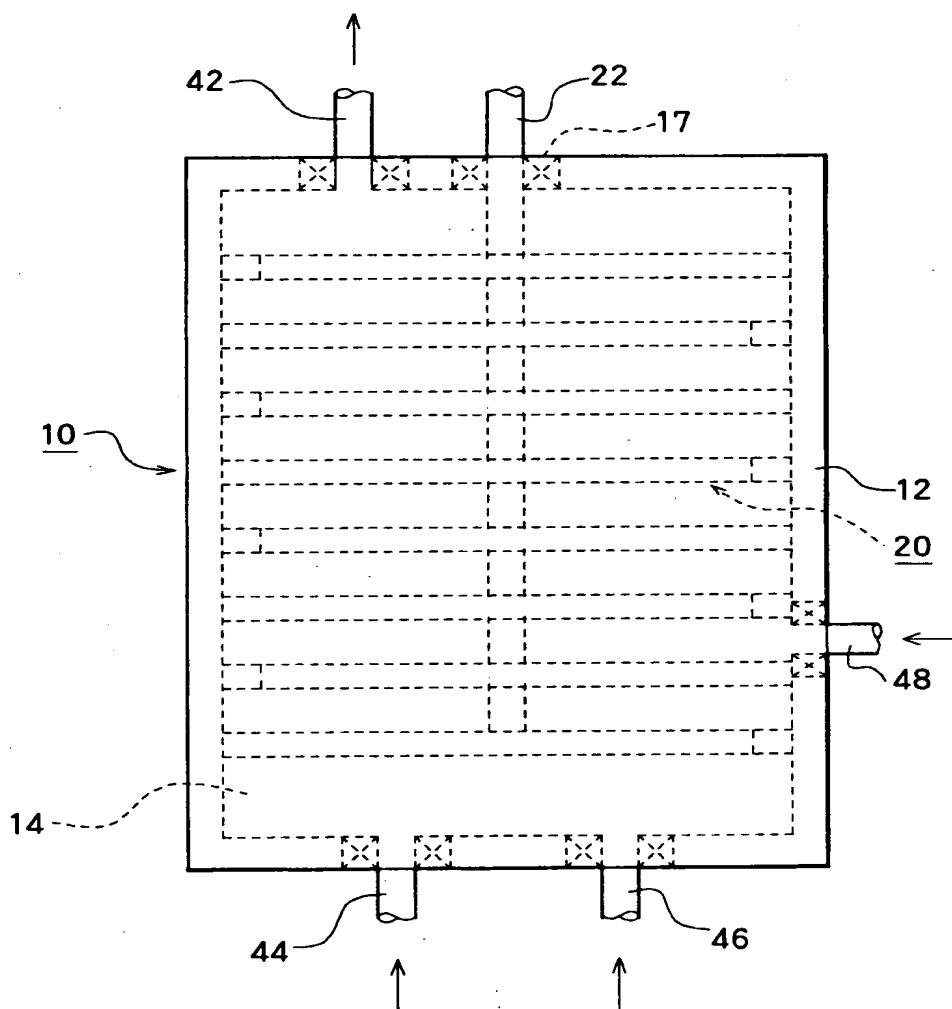
【図32】 従来の濾過装置の側面断面図（A）と横断面図（B）である。

【符号の説明】

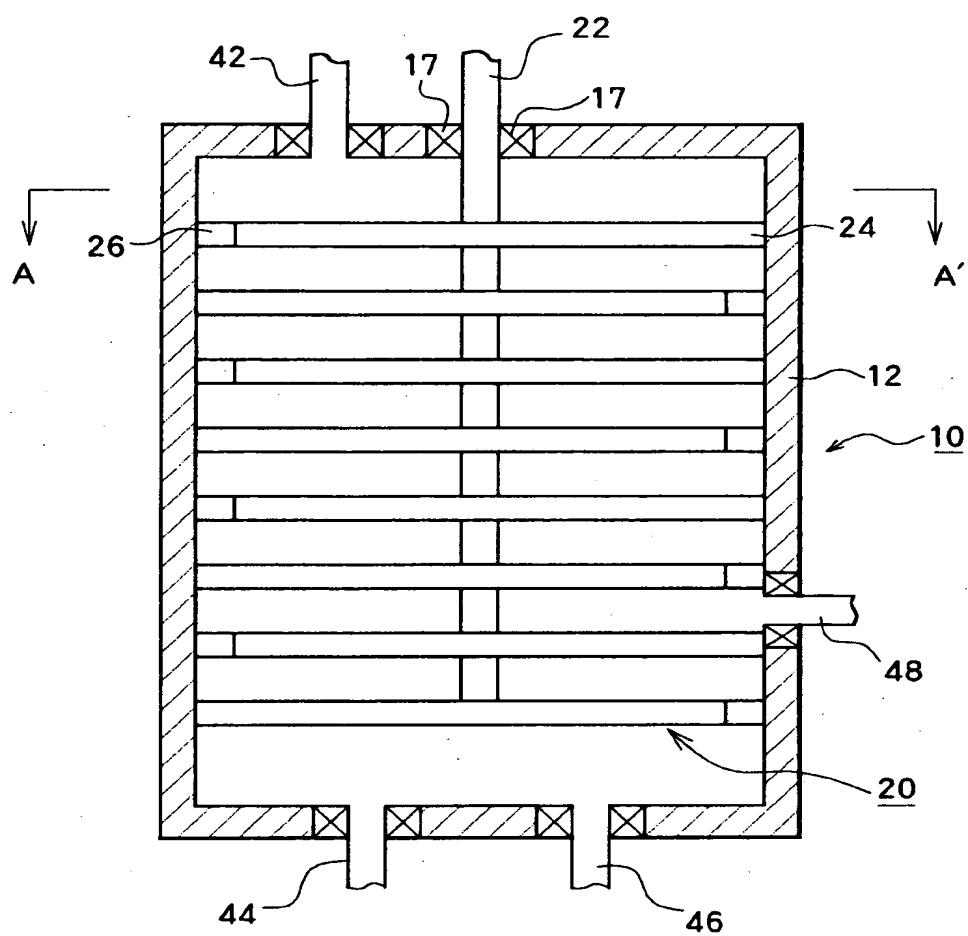
10 反応分画濾過装置、12 スペーサ部材、14 透過膜、16 不透過性支持板、17 軸受、20 攪拌体、22 攪拌軸、24 攪拌羽根、26 切欠き部。

【書類名】 図面

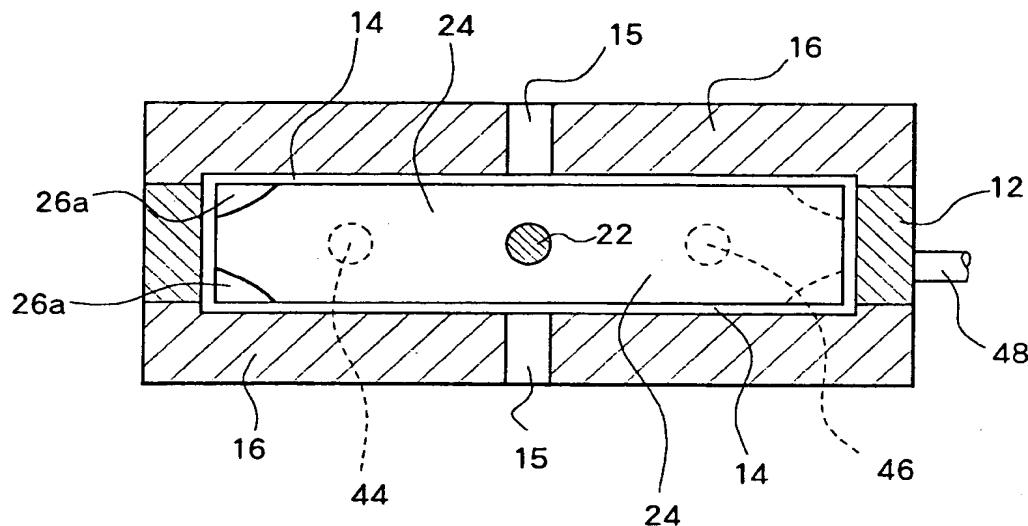
【図1】



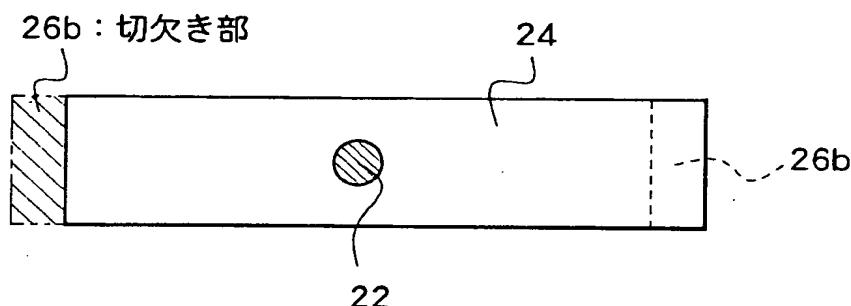
【図2】



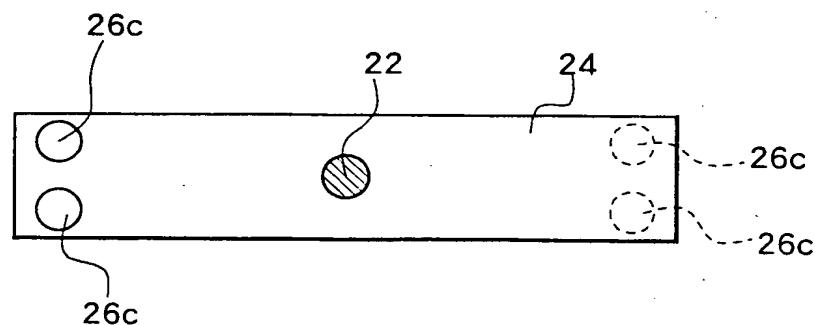
【図3】



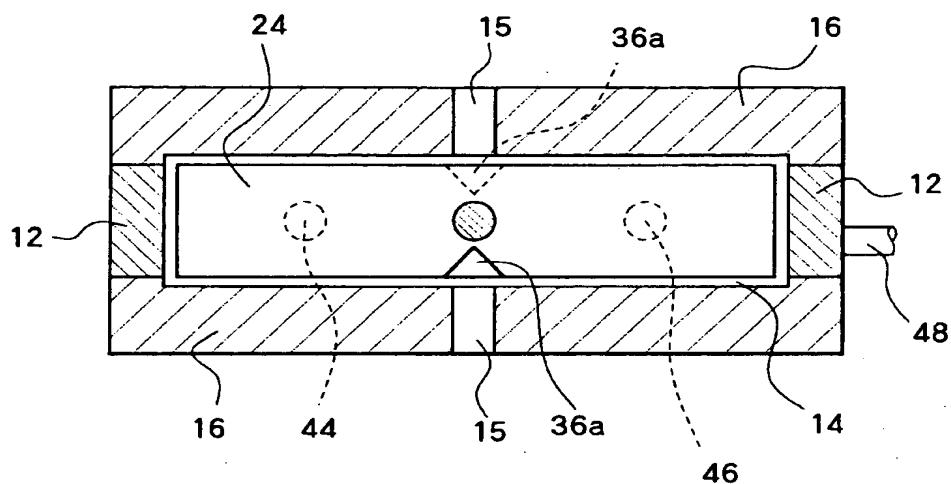
【図4】



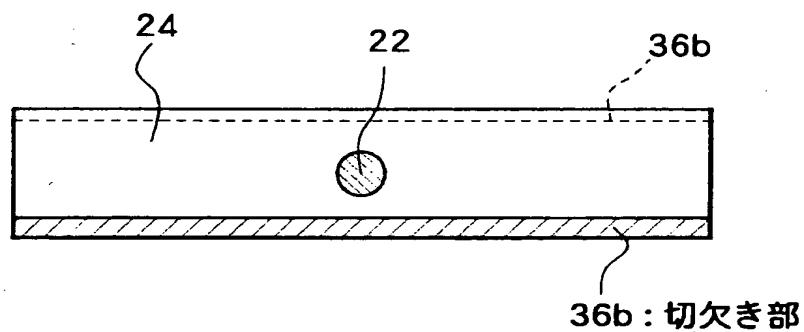
【図5】



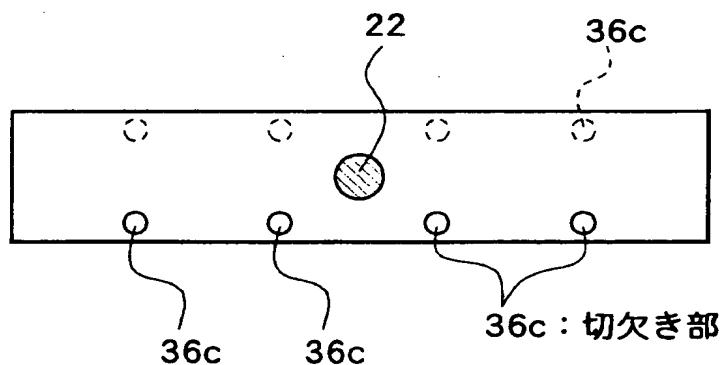
【図6】



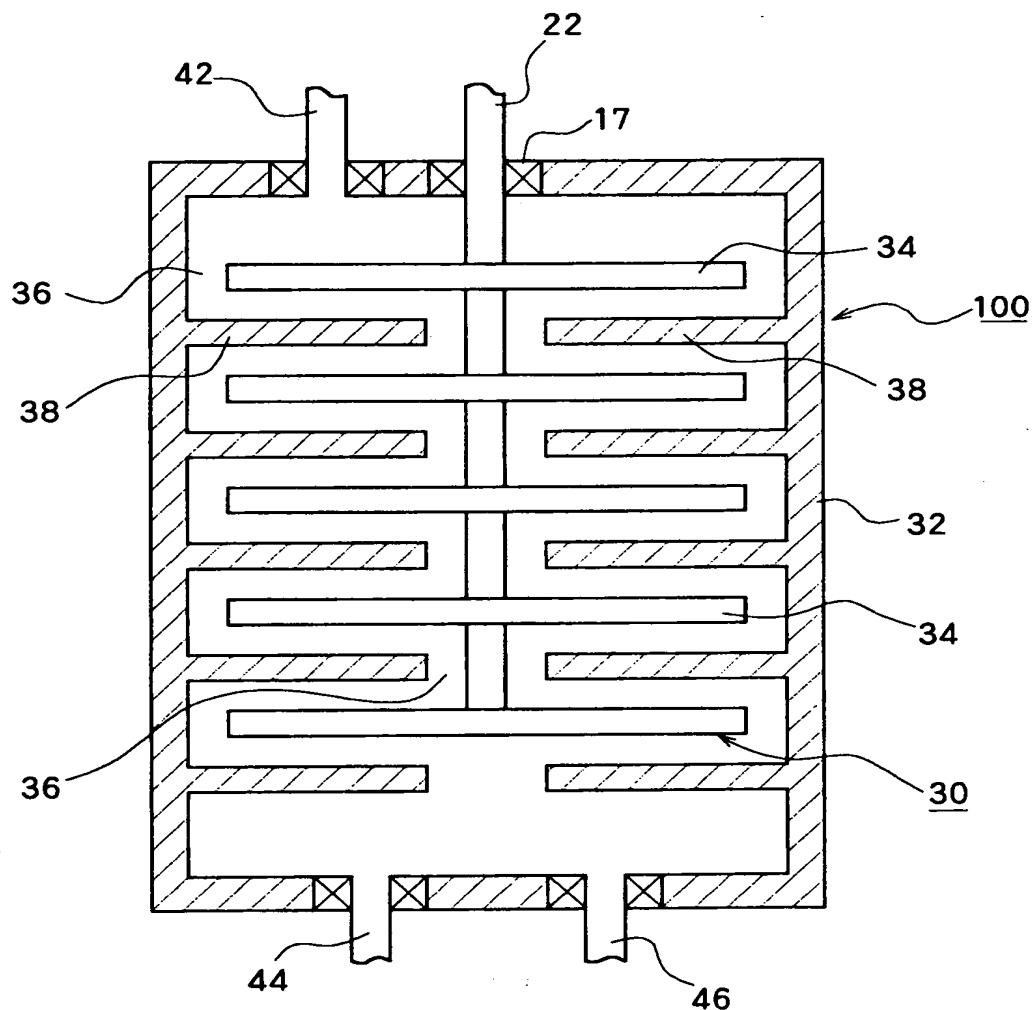
【図7】



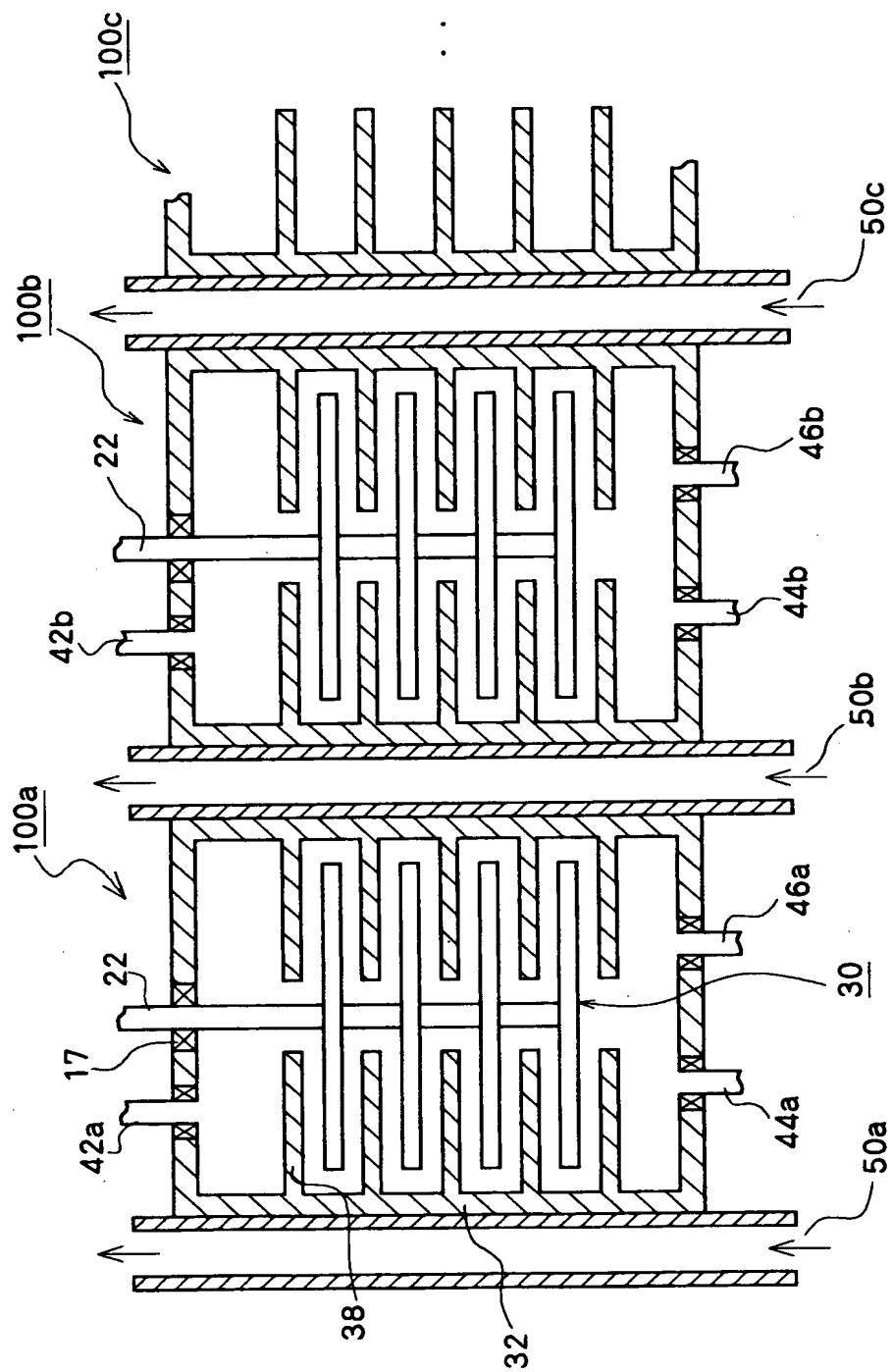
【図8】



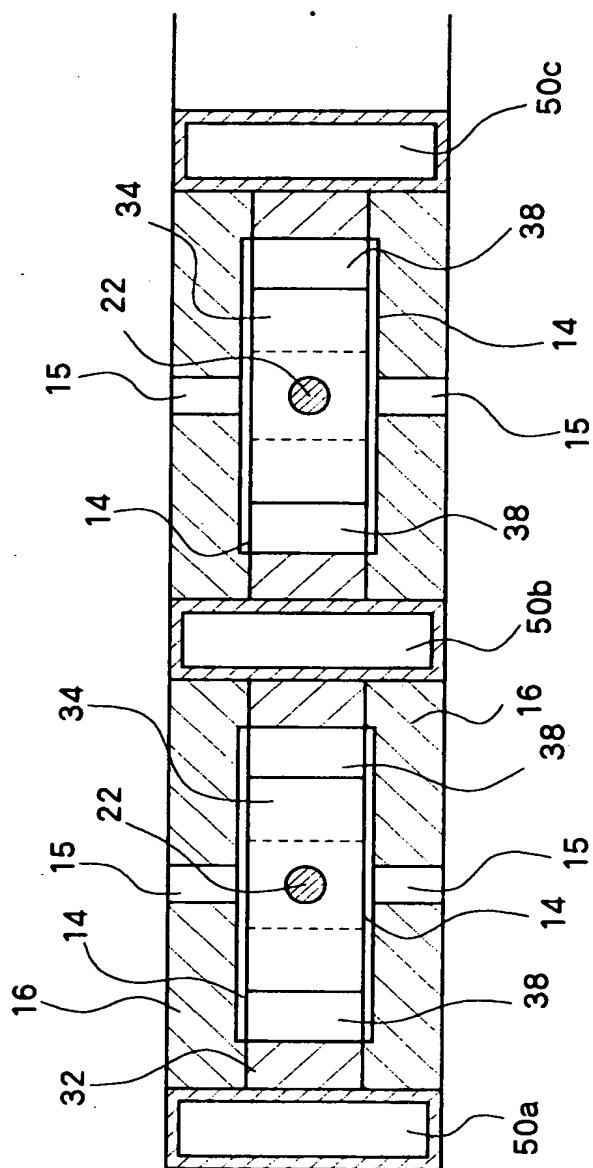
【図9】



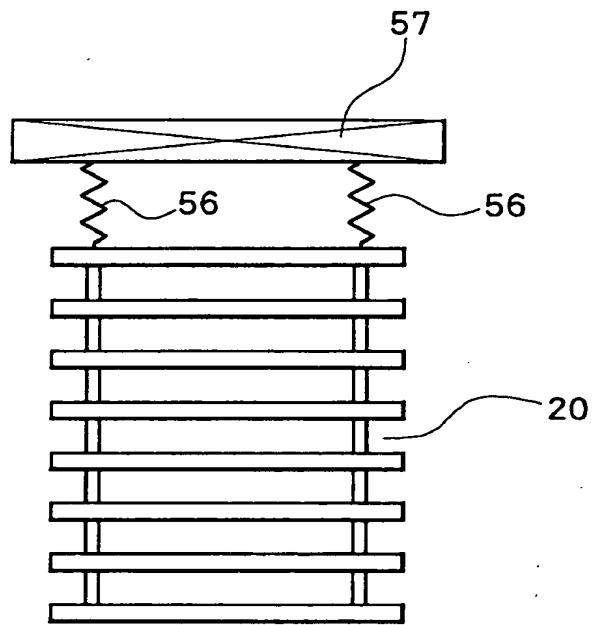
【図10】



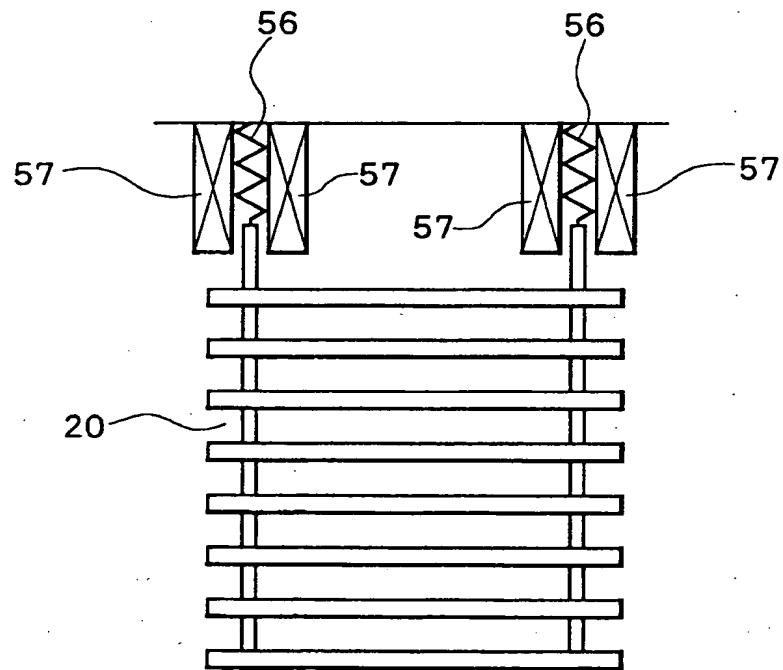
【図11】



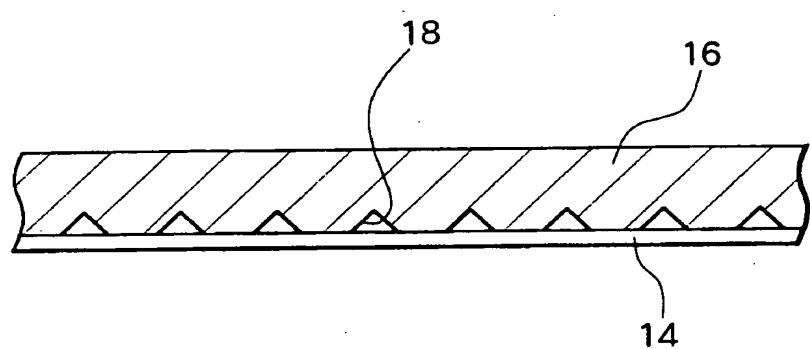
【図12】



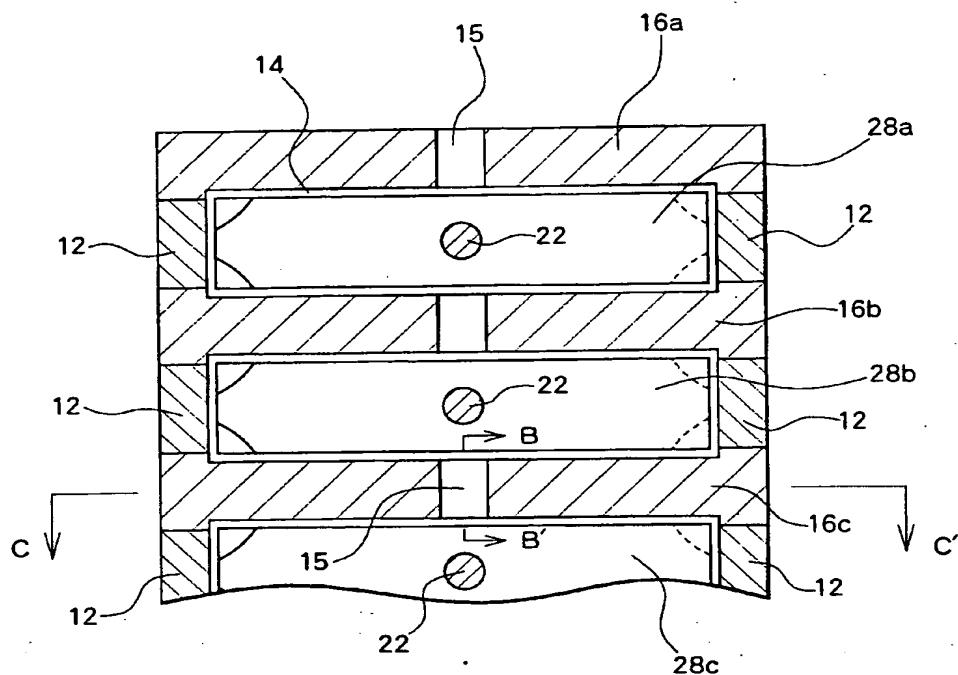
【図13】



【図14】

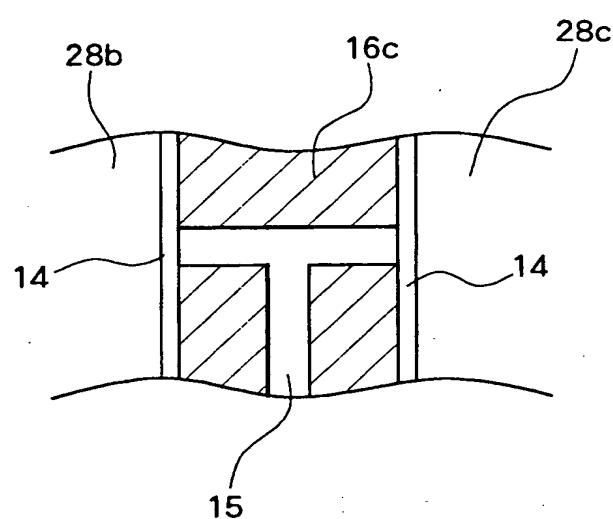


【図15】

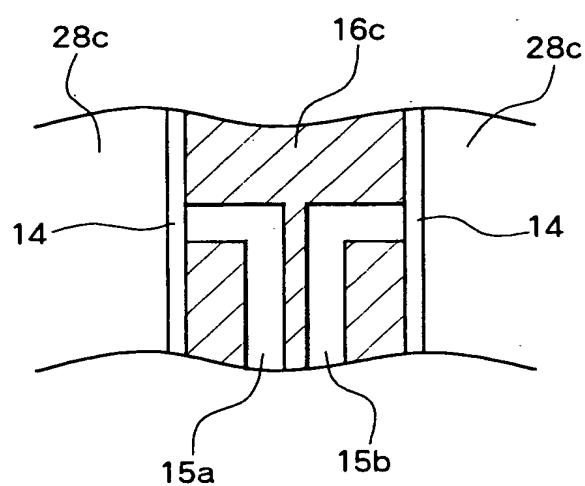


【図16】

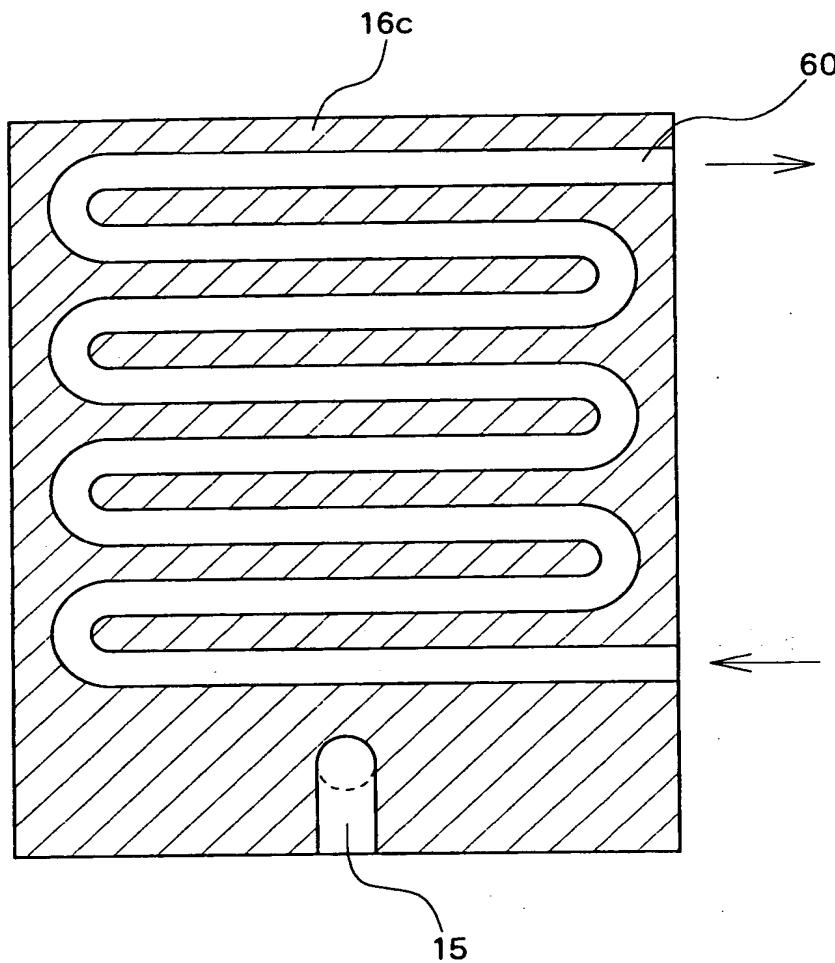
(A)



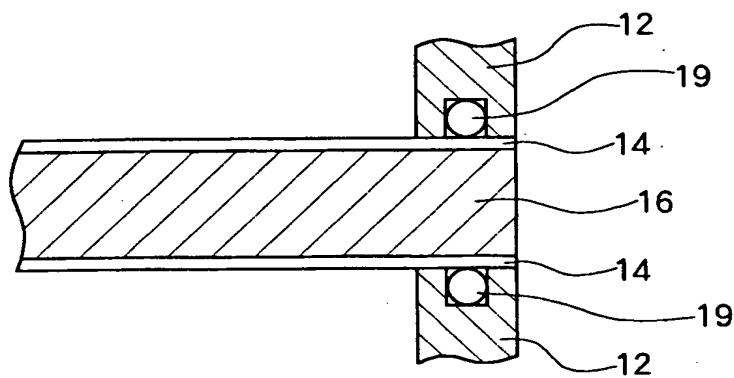
(B)



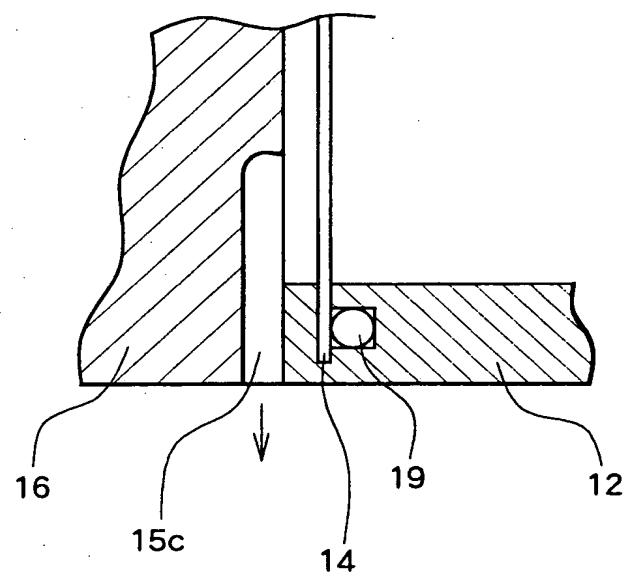
【図17】



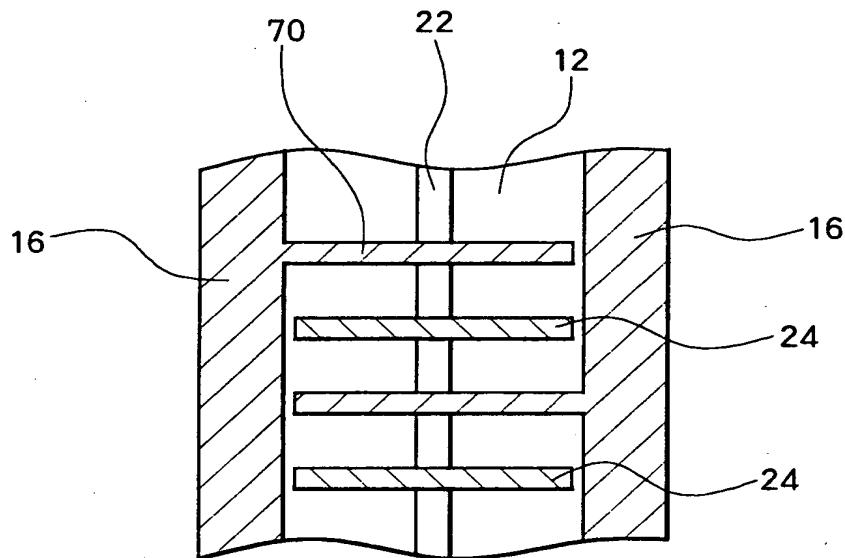
【図18】



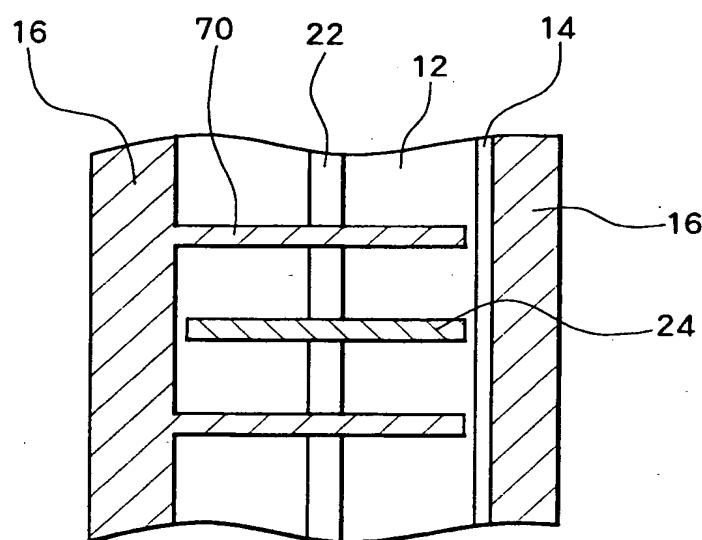
【図19】



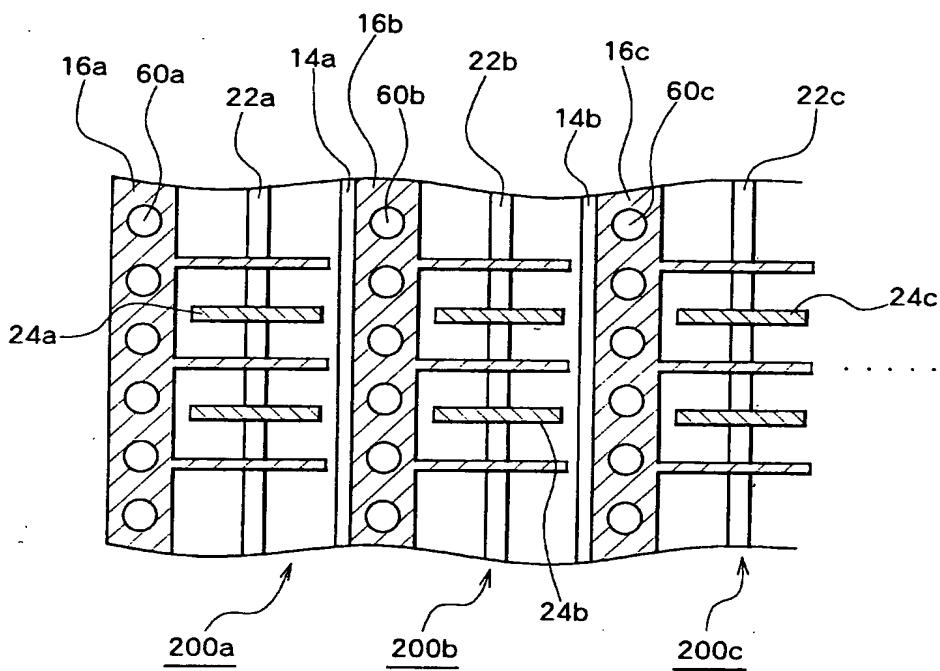
【図20】



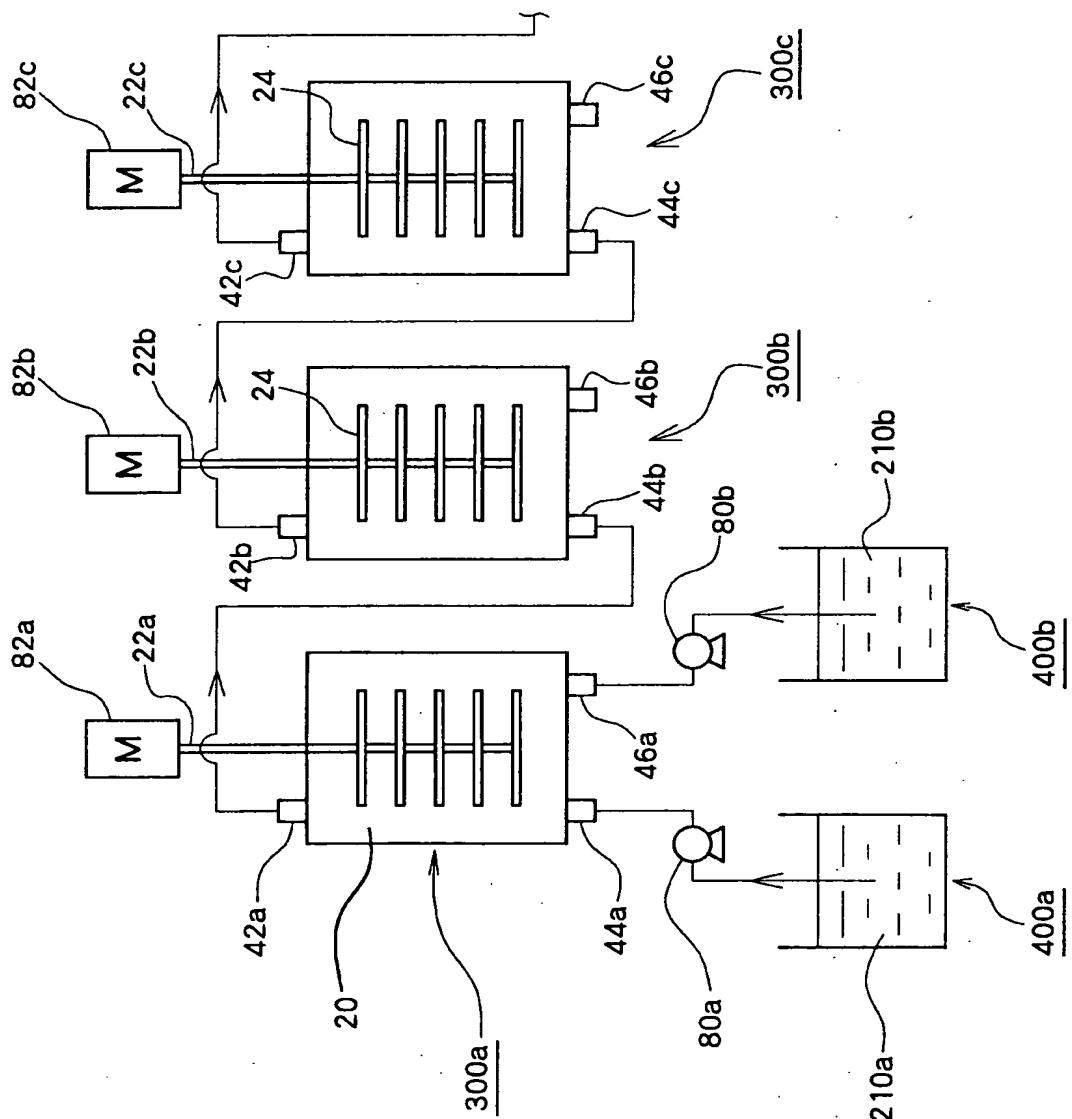
【図21】



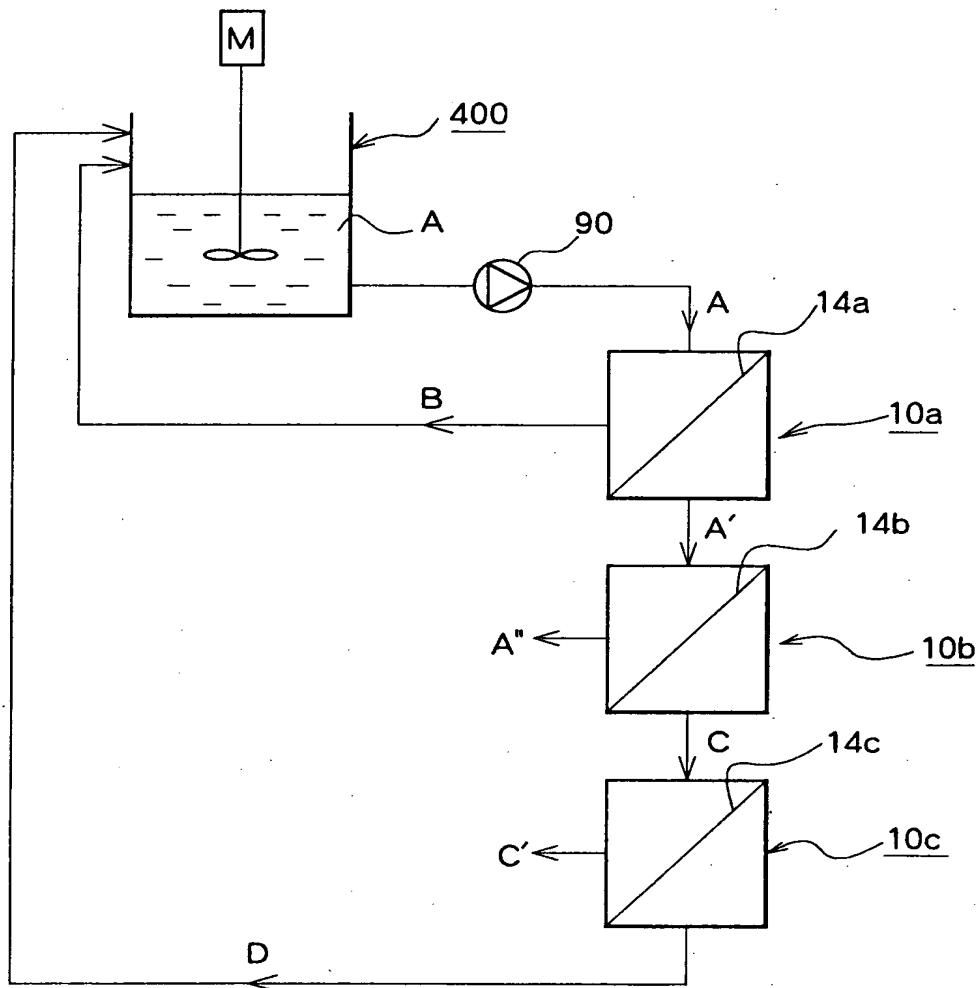
【図22】



【図23】

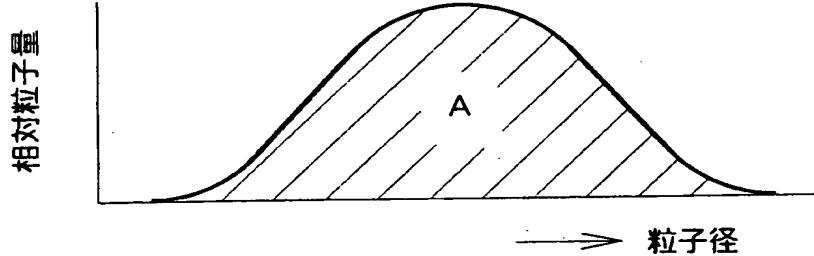


【図24】

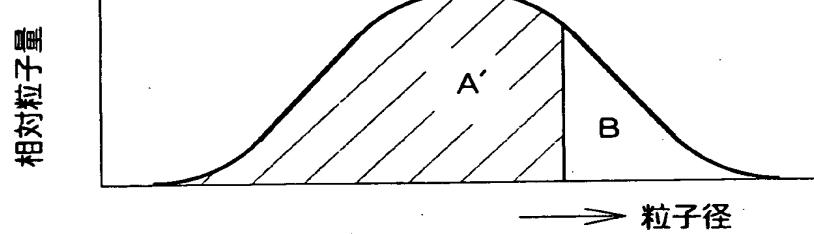


【図25】

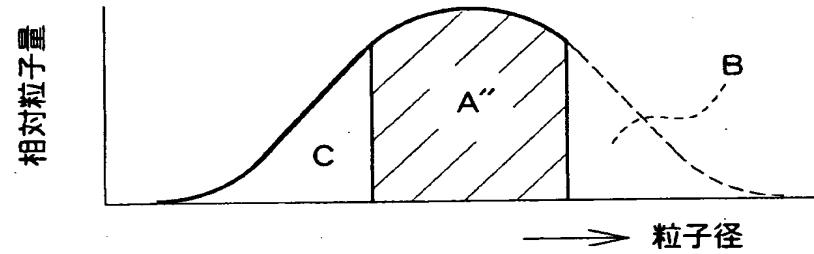
(a)



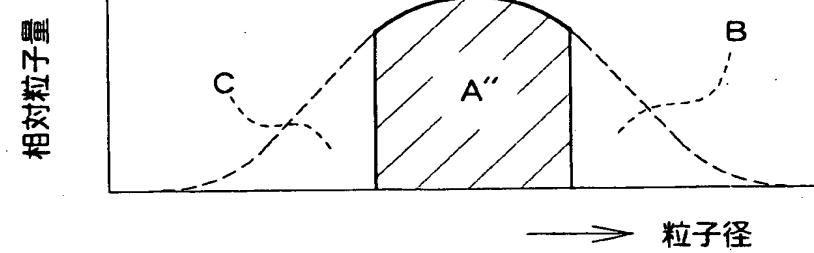
(b)



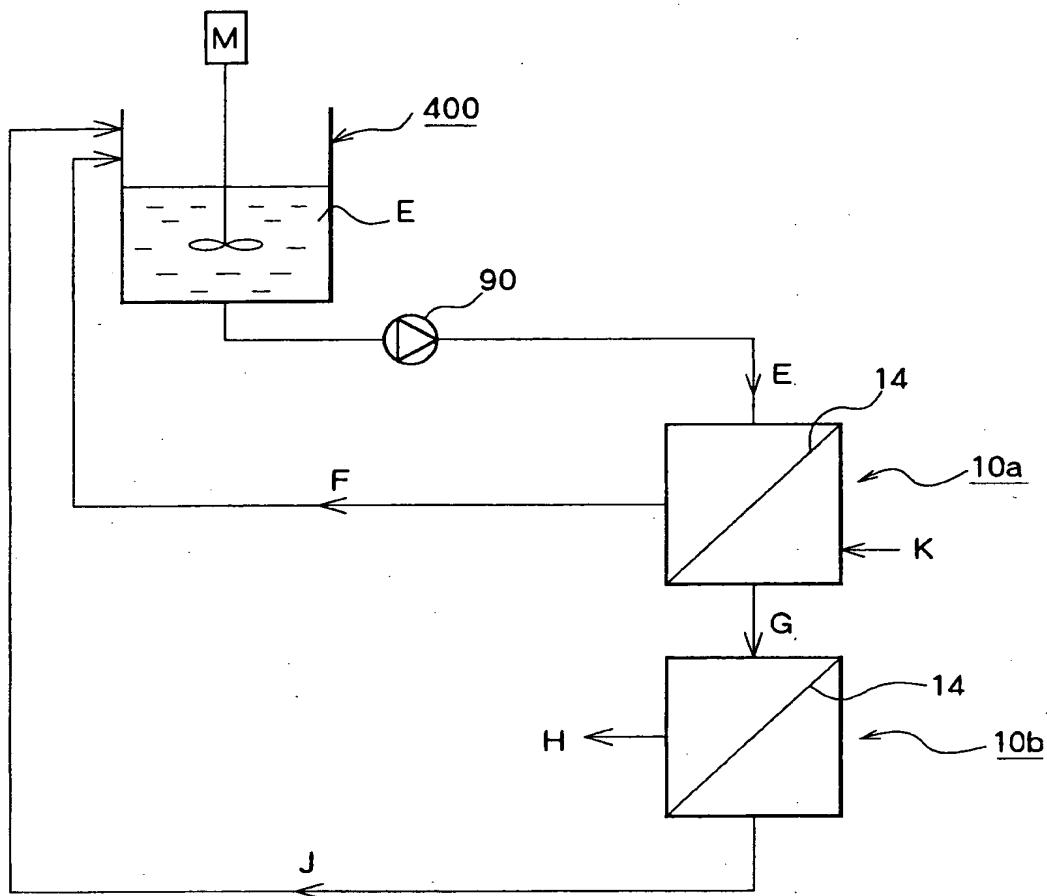
(c)



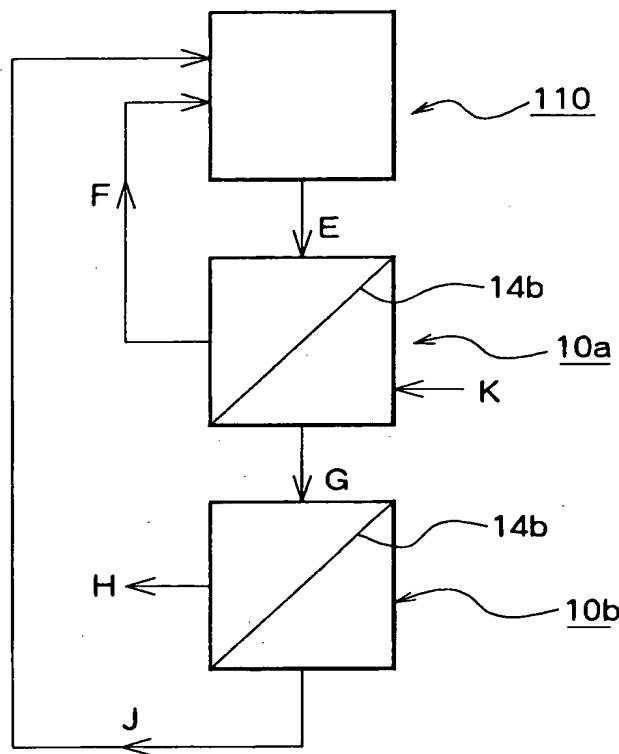
(d)



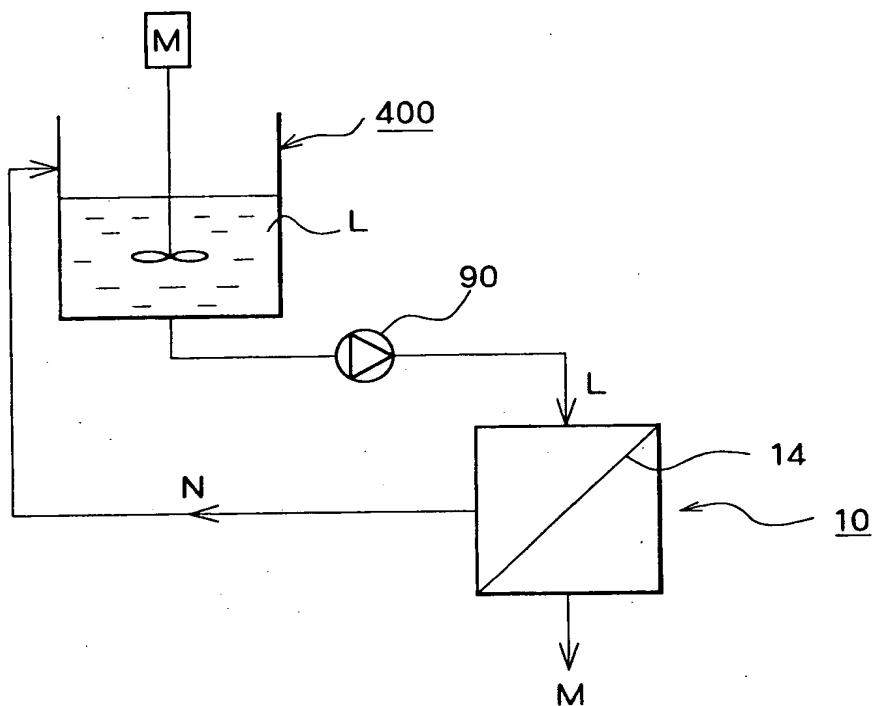
【図26】



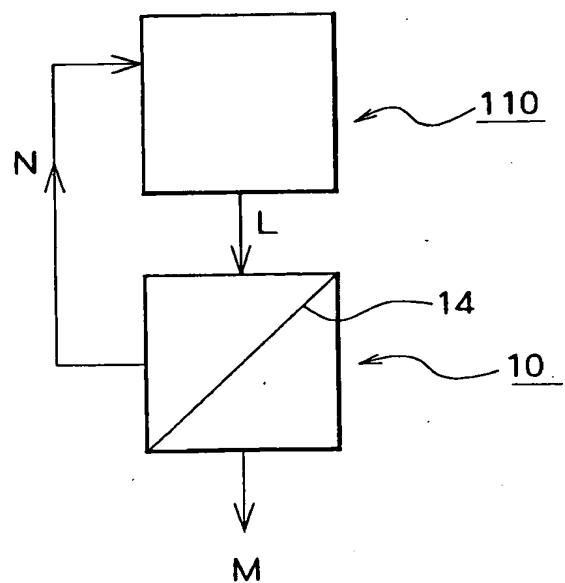
【図27】



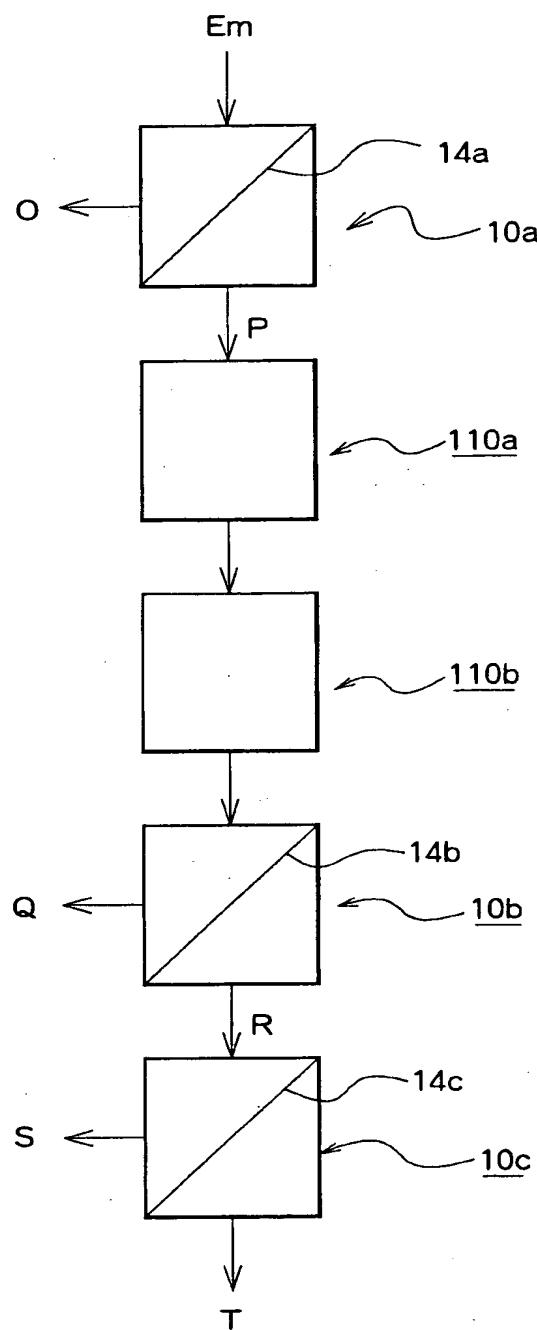
【図28】



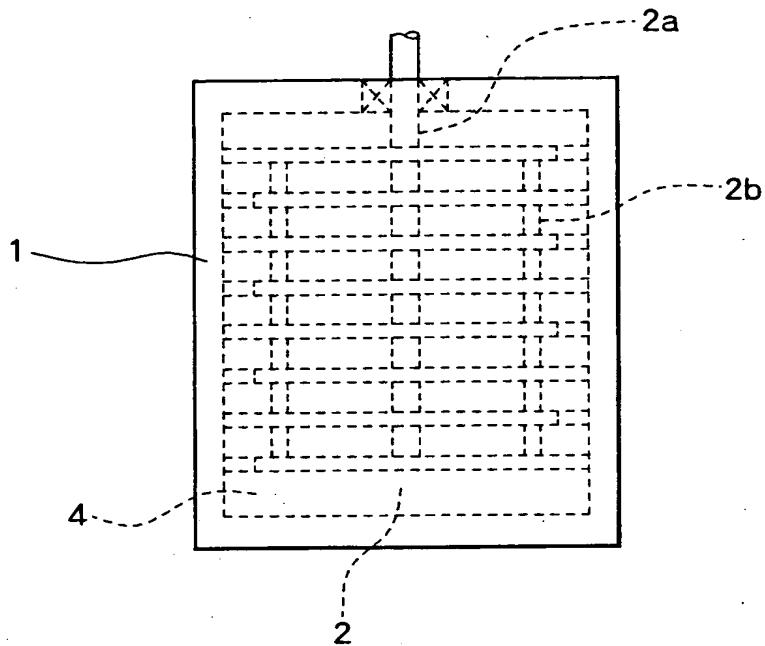
【図29】



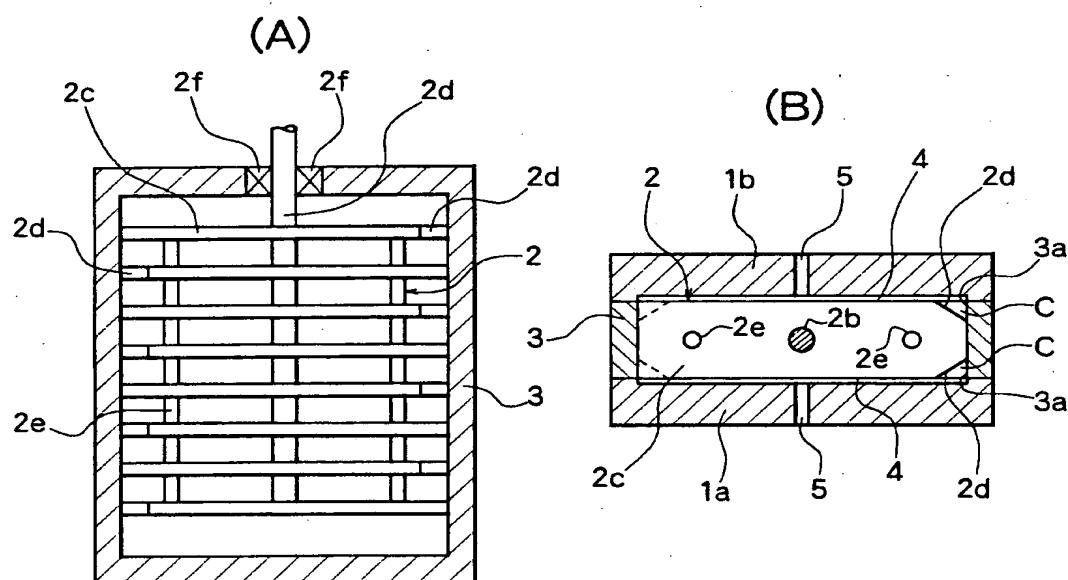
【図30】



【図31】



【図32】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 透過膜近傍における境膜形成を抑制する。

【解決手段】 装置10は、一対の不透過性支持板16と、一対の不透過性支持板16を所定間隔に配置するための一対のスペーサ部材12とによって、空間が形成されている。この空間内には、透過膜が配置され、一対の不透過部材16には、それぞれ空間と外部とを連通させ、透過膜を透過した透過物を流出させる流出口15が設けられている。透過対象物が入っている空間内には、攪拌体20が配置され、攪拌体20は、攪拌軸22と、攪拌軸22を振動させる駆動源と、攪拌軸22に取り付けられた複数の攪拌羽根24とを有する。攪拌羽根24には、攪拌羽根24とスペーサ部材12の内壁との間および攪拌羽根24と透過膜14と間で透過対象物が流通可能なように、その一部に切欠き部26が設けられ、積層された攪拌羽根に対して、左右交互に設けられている。

【選択図】 図2

出願人履歴情報

識別番号 [000251211]

1. 変更年月日 1997年 8月25日

[変更理由] 住所変更

住 所 宮崎県宮崎郡清武町大字加納甲2020番地10
氏 名 冷化工業株式会社